

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :

2 393 872

(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 78 16905

(54)

Colorant pour l'impression par transfert.

(51)

Classification internationale (Int. Cl.²).

D 06 P 1/18; C 09 D 11/02; D 06 P 3/48, 3/85.

(22)

Date de dépôt 6 juin 1978, à 15 h 52 mn.

(33) (32) (31)

Priorité revendiquée : *Demande de brevet déposée en Suisse le 8 juin 1977, n. 7.050/77
au nom de la demanderesse.*

(41)

Date de la mise à la disposition du
public de la demande

B.O.P.I. — «Listes» n. 1 du 5-1-1979.

(71)

Déposant : Société dite : CIBA-GEIGY AG., résidant en Suisse.

(72)

Invention de :

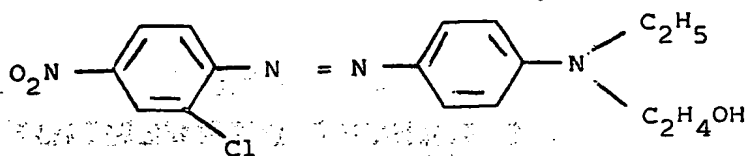
(73)

Titulaire : *Idem* (71)

(74)

Mandataire : Alain Casalonga, 8, avenue Percier, 75008 Paris.

La présente invention concerne l'application de préparations d'impression contenant le colorant de formule



à l'impression par transfert ainsi que les couleurs d'impression et les supports auxiliaires pour l'impression-transfert, contenant à côté des éléments spéciaux, le colorant de formule indiquée, ainsi que la matière imprimée avec le colorant.

La demanderesse a trouvé que le colorant convient parfaitement pour le procédé d'impression-transfert sur les matières les plus diverses, par exemple pour le triacétate de cellulose, les tissus mixtes en polyester/coton traité par une résine et en particulier pour le polyester et le Qiana, où de manière surprenante, sur tous les substrats nommés, on obtient des impressions rouge foncé et bordeaux, couvrantes, recherchées, fortement colorées, ayant une excellente solidité au mouillé.

Le procédé d'impression-transfert est connu par exemple par le brevet français 1 223 330 et la demande de brevet allemand DOS 17 69 757. Des préparations tinctoriales à cet effet sont par exemple décrites dans la demande de brevet allemand DOS 17 71 813 et les supports auxiliaires correspondants dans les demandes de brevet allemand DOS 17 71 812 ou DOS 24 43 063.

Le colorant utilisable conformément à l'invention est connu, comme également son aptitude pour teindre l'acétate de cellulose et le polyester en bain aqueux. Cependant il n'était ni prévisible ni attendu que le colorant présente un bon comportement de sublimation et que l'on puisse avec lui préparer selon le procédé d'impression-transfert sur tous les substrats indiqués des impressions de coloration intense ayant des contours nets. En outre le colorant rend possible de manière surprenante également la préparation de pâtes d'impression facilement coulables, pauvres en électrolyte et en émulsifiant, ayant une concentration élevée en colorant, ce qui est nécessaire à cause de l'application réduite de la pâte d'impression sur le papier.

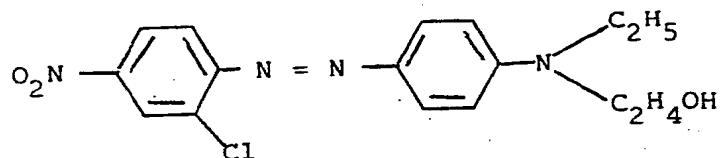
La présente invention est illustrée par les exemples non limitatifs ci-après dans lesquels, sans autre indication, les

parties et pourcentages sont donnés en poids.

EXEMPLE 1

On disperse intensivement pendant 10 minutes au moyen d'un agitateur à disque denté 7,5 parties d'une préparation de colorant préparée dans un pétrisseur à auge (Werner Pfleiderer), se composant de 75 % de colorant finement divisé de formule

10



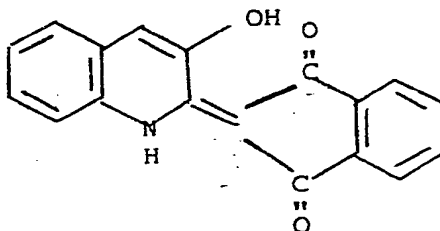
et 25 % d'éthylcellulose (Ethocel[®] N7, Dow Chemical) dans 100 parties d'une laque d'impression en creux, se composant de 90 parties d'éthanol, 5,0 parties de méthyléthylcétone et 5,0 parties d'éthylcellulose. Il en résulte une couleur d'impression stable à la dispersion ayant une viscosité de 22" (à la coupe Ford 4). Avec cette couleur d'impression on imprime au moyen d'une machine d'impression en creux (procédé d'héliogravure) un papier report dans un modèle souhaité et on sèche l'impression.

Le modèle rouge foncé imprimé, séché, est bien solide au frottement et on peut, le côté imprimé se trouvant sur le tissu satin ou tricot en polyester tournant en même temps, le transférer avec des contours nets sur une calandre de report à une vitesse de déplacement de 7 m/mn, à une température de 210°C, une pression de presse d'environ 100 g/cm² et un temps de contact du support d'impression de 30 secondes.

On obtient une impression rouge sur fond blanc, fortement colorée, solide au lavage, à la sueur et au frottement.

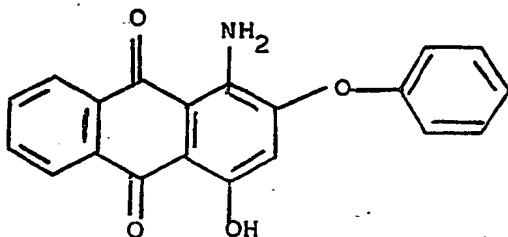
Une impression, obtenue avec un mélange, se composant de 9 parties du colorant jaune de formule

35

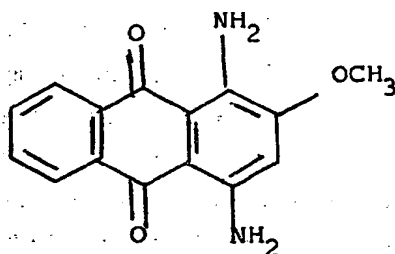


40

19 parties du colorant rouge de formule



et 72 parties du colorant rouge de formule



se rapproche beaucoup du ton de coloration bordeaux du colorant de l'exemple ci-dessus, mais il est cependant considérablement plus faible en coloration (environ 50:100) pour l'utilisation de la même quantité de colorant.

EXEMPLE 2

On délaie, en mettant en marche l'agitateur rapide, 15 parties d'une dispersion aqueuse, préparée selon la demande de brevet allemand DOS 25 20 527, du colorant ayant la formule indiquée dans l'exemple 1, ayant une teneur en colorant de 45 % en poids, dans 985 parties d'épaississant de base qui présente la composition suivante :

50 % d'alginate de sodium, solution aqueuse à 5 %,
45 % d'eau et
5 % de ligroïne.

La pâte d'impression désaérée est appuyée sur un papier de transfert bien absorbant comme support sur une table sous vide avec un pochoir de gaze 62 en monofilament avec une raclette. L'impression séchée est mise du côté imprimé sur un tissu en filament de Qiana et est traitée sur une presse à repasser à 200°C pendant 30 secondes.

On obtient une impression rouge foncé sur fond blanc fortement

colorée, solide à la lumière et au mouillé, aux contours nets.

EXEMPLE 3

On dilue 15 parties d'une préparation aqueuse, préparée selon la demande de brevet allemand DOS 25 20 527, du colorant ayant la formule indiquée dans l'exemple 1, avec une teneur de 50 % en colorant, avec 15 parties d'un mélange 1;1 d'eau désalée et d'éthanol, et on l'introduit, en agitant fortement avec un agitateur rapide, dans 120 parties d'une solution de base introduite au préalable, se composant de

10 78 parties d'éthanol,
 24 parties d'eau et
 3,6 parties d'oxypropylcellulose qui y est dissoute (Klucel

® E, Hercules), ainsi que

15 14,4 parties d'une solution aqueuse à 30 % d'un copolymère à base de vinylpyrrolidone (Collacral ® VL, BASF),
la couleur d'impression qui en résulte, hydroalcoolique, séchant rapidement présente une viscosité de 26" (coupe Ford n° 4).

Les impressions, obtenues avec cette couleur d'impression sur une machine d'impression du papier avec un cylindre gravé par autotypie ayant une profondeur de gravure de 30 microns, sont parfaites, c'est-à-dire qu'elles séchent très rapidement et solidement et n'ont pas de bulles de mousse.

Si l'impression séchée est mise du côté imprimé sur un tissu satin en polyester et est traitée avec une presse à feuille pendant 30 secondes à 210°C, on obtient une impression colorée en bordeaux, intense, aux contours nets, solide à la lumière et au mouillé.

EXEMPLE 4

On imprime une bande de papier selon le procédé d'impression flexographique avec une couleur d'impression, qui se compose de 10 parties du colorant de formule indiquée dans l'exemple 1, 3 parties d'une résine urée-formaldéhyde (Uresin ® B), 60 parties d'une solution à 15 % de résine polyvinylbutyral dans l'éthanol (Mowital ® B3OH en solution) et 22 parties d'éthanol.

35 Le colorant est broyé dans un broyeur à perles fermé (DYNO MILL) avec des billes de silicium de 1 mm et traité jusqu'à ce que la dimension de particule soit réduite pour l'essentiel au-dessous de 5 microns.

Il résulte de cette couleur d'impression sur papier report des impressions solides au frottement, que l'on peut transférer

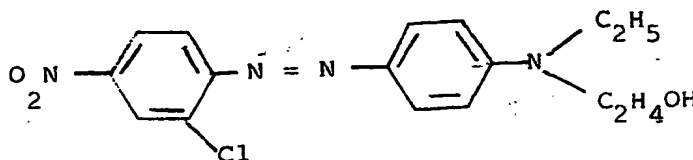
dans une calandre de transfert à une température de 200 à 210°C pendant un temps de contact de 30 à 35 secondes avec un rendement de coloration très élevé, sur un tissu ou un tricot en polyester ou Qiana, ou à 195 à 200°C sur un corps plan en triacétate de cellulose. Comme ton de couleur il en résulte un rouge couvrant, fortement coloré, ayant de très bonnes solidités à l'usage.

EXEMPLE 5

Une bande de papier imprimée selon l'exemple 4 est réunie après le séchage du côté imprimé avec un tissu mixte, se composant de 50 parties de polyester et de 50 parties de coton, qui est traité au préalable selon l'exemple 2 de la demande de brevet allemand DOS 24 36 783 avec une résine réactive, et est traitée dans la calandre de report pendant 20 secondes à 220°C avec une pression d'application d'environ 100 g/cm². Le colorant est transféré avec des contours extrêmement nets en un ton de coloration pratiquement identique et une même intensité de coloration sur les deux parties de fibres du tissu mixte. On obtient une impression rouge couleur de rubis, fortement colorée, solide au lavage, à la sueur, au frottement et à la lumière, sur fond blanc.

EXEMPLE 6

Dans une solution introduite au préalable de 10 parties d'un polyglycoléther d'alcools gras dérivés d'alcools stéarylique-cétylique et 25 moles d'oxyde d'éthylène (Marlipal 1618/25 Huls et 40 parties de produit de condensation du formaldéhyde de naphthalènesulfonate de sodium (Tamol NNOK-SA, BASF), dans 580,8 parties d'eau, on délaye 11,2 parties de résine cétonique (résine acétophénone) et 8,0 parties d'éthylcellulose (Ethocel N 7, Hercules) ainsi que 350 parties de colorant sec ayant la formule suivante



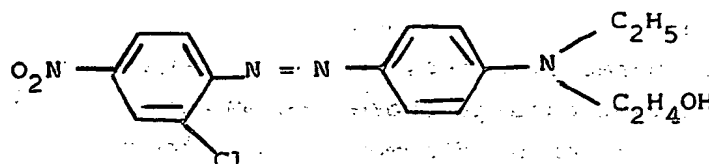
La résine cétonique présente sous forme de pastilles et les flocons d'éthylcellulose sont porphyrisés au préalable simultanément dans un broyeur de laboratoire, avant d'être délayés. Le produit de délayage formé est broyé dans un broyeur à perles avec

des billes de siliquartzite de 1 mm de diamètre pendant 4 heures, la taille des particules du colorant étant alors réduite pour l'essentiel au-dessous de 5 μ . Après séparation du corps de broyage, on mélange 900 parties du produit de broyage préparé avec 900 parties de 2-butanol saturé d'eau (produit de génération), se composant d'environ 643 parties de 2-butanol et 257 parties d'eau, et on agite pendant une heure. Il se forme un mélange de deux phases liquides. La résine cétonique et l'éthylcellulose se dissolvent dans la phase de 2-butanol saturée d'eau. Simultanément le colorant finement broyé pénètre aussi dans cette phase organique. Après une heure on fait disparaître la phase du solvant par délayage avec 6 000 parties d'eau froide et on essore le granulé fin qui s'est formé et on le lave ensuite soigneusement sur l'essoreuse. La teneur en colorant du gâteau de presse humide, granuleux, résineux, s'élève à 44 %.

600 parties de ce gâteau de presse sont délayées avec 112 parties de 1,2-propylèneglycol, 12 parties de ligninesulfonate et 25 parties d'un copolymère non ionogène obtenu à partir d'oxyde d'éthylène et d'oxyde de propylène, et sont broyées dans un broyeur à perles avec des billes de siliquartzite de 1 mm de diamètre pendant 14 heures. La dispersion séparée du corps de broyage présente une remarquable stabilité de stockage. Après un temps de stockage de plusieurs mois, le test du filtre de cette préparation est encore complètement parfait. Egaleme nt après une conservation de 14 jours en récipient fermé hermétiquement dans l'étuve à 60°C, la pâte reste très fluide, et il ne se présente aucun signe d'une recristallisation débutante du colorant. Si l'on travaille comme décrit ci-dessus, mais en n'utilisant pas cependant de résine cétonique ni d'éthylcellulose lors du délayage du colorant, on obtient une dispersion fluide, qui, déjà après un court moment (après un stockage de 14 jours à la température ambiante ou après 12 à 24 heures à 60°C), contient, sous forme de sédiment, une fraction très prononcée de colorant recristallisé sous forme d'aiguilles. En raison de cette recristallisation, la dispersion ne peut plus être filtrée et est de ce fait inutilisable dans la pratique.

R E V E N D I C A T I O N S

1.- Application de préparations d'impression à l'impression par transfert, contenant le colorant de formule



2.- Couleurs d'impression pour l'impression-transfert, contenant, à côté des éléments usuels, le colorant selon la revendication 1.

3- Supports auxiliaires pour l'impression-transfert, contenant comme élément colorant de l'impression le colorant selon la revendication 1.

4.- Produit imprimé avec le colorant selon la revendication 1, ou les couleurs d'impression selon la revendication 2 ou les supports auxiliaires d'impression selon la revendication 3.

5.- Produit imprimé selon la revendication 4, en triacétate de cellulose, en tissu mixte en polyester/coton traité par une résine et en particulier en polyester et Qiana.